

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

Surface-modified aromatic polyamide fibre - comprises surface with inorganic solid particles having cation exchange capacity

Patent Assignee: TEIJIN LTD

Patent Family

Patent Number	Kind	Date	Application Number	Kind	Date	Week	Type
JP 2216279	A	19900829	JP 88259516	A	19881017	199041	B
JP 2641271	B2	19970813	JP 88259516	A	19881017	199737	

Priority Applications (Number Kind Date): JP 88259516 A (19881017)

Patent Details

Patent	Kind	Language	Page	Main IPC	Filing Notes
JP 2641271	B2		5		Previous Publ. patent JP 2216279

Abstract:

JP 2216279 A

The surface-modified wholly aromatic polyamide fibre has, on the surface of wholly aromatic polyamide fibre on which inorganic solid particles having cation exchange capacity are fixed, (a) a coating layer composed of polyoxyalkylene-contg. polyether compd. having 15 deg.C or lower m.pt. and 10000 or higher mol. wt. and (b) additional coating layer composed of aliphatic lubricant incompatible with the polyether cpd., which has 900 or lower mol. wt. and/or silicone-based lubricant. USE/ADVANTAGE - The title material is used for reinforcing synthetic resins. The coating materials improves surface wear resistance of the wholly aromatic polyamide fibre without affecting its high tensile strength and modulus. In an example of aromatic polyamide fibre tow (1500 d/1000 f) prepd. from terephthaloyl dichloride, p-phenylene diamine and 3,4'-diamino-diphenylether on which 0.42 % o.w.f. (on wt. of fibre) of bentonite particles has been fixed was treated with aq. emulsion contg. 15 wt.% of solids composed of 10 wt.% of glycerol-based polyether compd. (propylene oxide/ethylene oxide molar ratio 35/65, mol. wt. 30000), 50 wt.% of octyl palmitate, 22 wt.% of polyoxyethylene hydrogenated castor oil ether, 3 wt.% of polyoxyethylene lauryl ether, 5 wt.% of sodium dioctyl sulphosuccinate and 10 wt.% of dimethylpolysiloxane (viscosity 40 cst at 30 deg.C) to apply 3.5 % o.w.f of the solids to the fibre. (6pp Dwg.No.0/0)

Derwent World Patents Index

© 2003 Derwent Information Ltd. All rights reserved.

Dialog® File Number 351 Accession Number 8420961

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-216279

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)8月29日

D 06 M 15/53
D 01 F 11/08
D 06 M 11/36
13/00
15/643
// D 06 M 101:36

8521-4L
6791-4L
8521-4L
8521-4L

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 表面変性全芳香族ポリアミド繊維

⑯ 特 願 昭63-259516

⑰ 出 願 昭63(1988)10月17日

⑱ 発 明 者 牧 野 昭 二 大阪府大阪市耳原3丁目4番1号 帝人株式会社繊維加工
研究所内

⑲ 出 願 人 帝 人 株 式 会 社 大阪府大阪市東区南本町1丁目11番地

⑳ 代 理 人 弁理士 前田 純博

明 細 書

1. 発明の名称

表面変性全芳香族ポリアミド繊維

2. 特許請求の範囲

繊維表面に固体状のカチオン変換性及び非イオン吸着性の無機化合物が固着されてなる全芳香族ポリアミド繊維の表面に15℃以上の温度で液状を示す分子量10000以上のポリオキシアルキレン含有のポリエーテル系化合物からなる被膜を有し、該被膜の上に該ポリエーテル系化合物と非相溶でかつ分子量が900以下の脂肪族系潤滑剤及び／又はシリコン系潤滑剤の層を有することを特徴する表面変性全芳香族ポリアミド繊維。

3. 発明の詳細な説明

<産業上の利用分野>

本発明は表面強度の改良された全芳香族ポリアミド繊維に関する。更に詳しくは繊維染を懸り合せて用いるコードやロープ等の用途において、その耐摩耗性に優れ、かつ燃焼強度保持率の優れた

全芳香族ポリアミド繊維を提供するものである。

<従来技術>

近年、全芳香族ポリアミド繊維は有機繊維の中にあつて、特に、高強力、高モジュラス、高耐熱性、高耐薬品性などといった優れた特性を生かして諸分野での新しい用途に実用化がなされてきている。

しかしながら、かかる繊維は分子の配向や結晶性が高いが為に繊維軸方向には、その力学特性は卓越した機能を発揮するものであるが、その反面、繊維軸と直角方向においては意外にもろいという事実も明らかとなっている。

特に繊維同士の間隙や他の物体との擦過により、容易にフィブリル化が生じ、繊維が摩耗しやすく、従つて燃焼のような工程を経ると繊維にあった強力が大に低下し、所謂、強度保持率が低いという欠点を示す。

これらの問題を解決する為に燃焼方法や燃焼条件などの物理的な方法で改善しようという試みがなされているが繊維の表面特性との関係について

提案されているものは、未だ充分なものがないのが現状である。

これ迄なされている繊維の表面特性の改良による方法としては例えば固体状のワックス成分を繊維表面に付与させたり、或いはフッ素樹脂などの樹脂で繊維表面をコーティングしたりして繊維表面を保護する方法が用いられているが、これらの方法によれば、後加工工程において固着固体成分が脱落して糸端に堆積するためにこれに因る各種のトラブルが生じたり、又一方樹脂のコーティングによる方法では、その処理速度が限定されて、商業生産上好ましくないばかりでなく、繊維が凍束された形で樹脂被覆されるため単繊維同士の動きが束縛されてヤーン全体としては固くなり、従って強力保持率の向上が図られないという欠点を有している。

<発明の目的>

本発明は従来のアラミド繊維の優れた特性をそのまま維持しながら、繊維の表面の性質を大きく改良する方法について鋭意研究した結果、ある特

「ポリアミド繊維」である。

ここにカチオン交換性及び非イオン吸着性の無機化合物とはカチオンとの交換能を有し、更に非イオンの吸着能を有する化合物であり、具体的にはシリカ・アルミナ、シリカ・マグネシア、ペントナイト、カオリン、フーラーズアース、重性白土、活性白土、モンモリロナイト、バイトサイト、タルクなどであり、これらのカチオン交換性及び非イオン吸着性無機化合物は固体状で繊維表面に固着される。無機化合物（粒子）の大きさは大体

0.01 ~ 5 μ 程度のものが用いられる。本発明における固着とは激しい状態での水洗処理や溶剤に浸漬する程度ではまったく脱離しないことをいう。

繊維表面に該無機化合物粒子を固着させるには、たとえば繊維表面が軟化した状態で該無機化合物粒子を繊維表面に押し付けて繊維表面に喰い込ませたのち繊維を固化させることにより行うことができる。すなわち紡出直後の全芳香族ポリアミド繊維にカチオン交換性及び非イオン吸着性無機化合物を吹き付けるかあるいは水にカチオン交換性

定の化合物で繊維の表面を変性させることによって繊維間の摩擦強度を従来になく著しく高めることができるという重大な事実を発見し、本発明に到ったものである。

即ち、本発明の目的はコードやロープ等のように密着加工を施して用いるような用途において、耐摩耗性に極めて優れた表面を有する繊維を提供し、従って密着後における強力保持率の高い表面変性全芳香族ポリアミド繊維を提供せんとするものである。

<発明の構成>

即ち、本発明は

「繊維表面に固体状のカチオン交換性及び非イオン吸着性の無機化合物が固着されてなる全芳香族ポリアミド繊維の表面に、15℃以上の温度で液状を示す分子量10000以上のポリオキシアルキレン含有のポリエーテル系化合物からなる被膜を有し、該被膜の上に該ポリエーテル系化合物と非相溶で且つ水不溶性の分子量が900以下の脂肪族系脂肪族を有することを特徴とする表面変性全芳香族

及び非イオン吸着性無機化合物粒子を懸濁させた懸濁液中に全芳香族ポリアミド繊維を浸漬せしめて繊維表面に無機化合物粒子を付着させ、ついで全芳香族ポリアミド繊維の2次転移点以上の温度で熱延伸するか熱処理を施すなどの方法を用いる。

全芳香族ポリアミド繊維とは、例えば所定の芳香族ジカルボン酸と芳香族ジアミンとから構成されるパラフェニレンテレフタルアミド或いはその共重合体からなるものなどであるが、特に限定されない。

ポリオキシアルキレン含有のポリエーテル系化合物とはポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリテトラメチレングリコール等のポリアルキレングリコール類の一種又はそれらの共重合体をいう。ここに好ましく用いられるものはブタノール、エチレングリコール等の低級アルコールを出発物質としてこれにプロピレングリコールとエチレングリコールとを任意のモル比で共重合して高分子量化したものである。

ここには特に、その分子量が10000以上で、且

つ15℃以上の温度で液状のものをいう。

この分子量が10000を超えないものではここに目的とする繊維表面の耐摩耗強度の高いものが得られず、又、15℃以上の温度で液状でないと繊維上への付与に際して取扱いがむづかしいばかりでなく、繊維の後加工の際にいわゆるスカムと呼ばれる固形物による糸導等への堆積汚染の原因となり好ましくない。

かかる高分子量エステル化合物はその分子構造から高粘性でありその液膜の強度が強く、極圧下での潤滑性を高める。従って糸導等の作用により繊維間に高圧圧がかかっても繊維間の自由度がある。即ち繊維間摩擦力を低減し、繊維表面の耐摩耗強度を高めて糸導による強力低下を抑える。

しかし、この反面、粘度が高いためにこの生成膜を有する繊維は、糸導ガイド頭上を走行する場合には走行摩擦が高くなり、糸導が糸導ガイド頭にとられて毛羽が発生したり、粘着性スカムとしてのガイド汚れが発生するなどの顕トラブルが生じるので単独では全く用いることはできない。従

って、本発明の場合低摩擦系潤滑剤の併用が必要である。

二種の化合物を併用するとそれらが互いに親和性がない場合は別として通常、相溶し合って、せっかく、低摩擦系の潤滑剤を用いてもその効果が発揮されない。従って本発明で適用される潤滑剤としてはポリオキシアルキレン含有のポリエーテル系化合物と非相溶性であることが必要である。

更に本発明の場合、あらかじめ繊維表面がカチオン交換性及び非イオン吸着性に変性されているので、前記の高分子量ポリオキシアルキレン含有の脂肪族ポリエーテル系化合物は優先的に繊維表面に吸着され、従って低摩擦系潤滑剤はその液膜の上に形成され、その走行摩擦低減の目的が達成されることになる。

このように、高分子量ポリオキシアルキレン含有のポリエーテル系化合物からなる極圧潤滑剤とこれに対して低摩擦系の潤滑剤とが繊維上で二重構造をとることが本発明の重要ポイントである。

本発明に用いられるポリオキシアルキレン含有

のポリエーテル系化合物と非相溶の潤滑剤は分子量が900以下の脂肪族系潤滑剤及び／又はシリコン系潤滑剤である。

脂肪族系潤滑剤としては、鉱物油、アルコールと塩基酸とのエステル類、或いは天然の油脂類などをいうが低摩擦系潤滑剤として好ましく用いられるにはオクチルパルミテート、オレイルオレエート、イソステアerylオレート等の一価のアルコールと一塩基酸とのエステルである。

この場合分子量が900を超えると粘度も高く、従って低摩擦系潤滑剤として用いることはできない。

又、脂肪族系以外の例えば芳香環を有する化合物の場合も摩擦が高いので、これらも用いることはできない。脂肪族系以外の潤滑剤ではジメチルシリコンに代表されるシリコン系潤滑剤を用いることができる。中でもその粘度が300cst(30℃で)以下の低粘度のジメチルシリコンが低摩擦性に対して好ましい。高分子量のポリオキシアルキレン含有のポリエーテル系化合物(A)と分

子量が900以下の脂肪族系潤滑剤(B)及び／又はシリコン系潤滑剤の繊維上への処理は、前記した如く、あらかじめ繊維上にカチオン交換性及び非イオン吸着性の無機化合物を固着させた後、まず化合物(A)を付与処理し、該繊維表面に該化合物の被膜を形成せしめ、その後、その上から潤滑剤(B)を付与処理せしめてもよいが化合物(A)と潤滑剤(B)とを同時に付与処理してもよい。同時付与しても前述の理由から化合物(A)は繊維側に吸着され、結果としては二回に分けて付与処理したと同様の効果が得られる。

又、これらの付与処理に際してはかかる剤を水に含有させた水系の繊維用処理液として用いてもよく、或いは、実質的に水を含まない溶媒に剤を含有させた非水系繊維処理液として処理してもよく又、更に付与処理する手段としてはオイリングローラーや計量オイリングノズル、スプレーなど公知の手段のいずれを用いてもよい。

又、処理液としては本発明の化合物(A)および潤滑剤(B)の他に制電剤など必要に応じて

の化合物を繊維用処理剤に混合して用いてもよい。

繊維用処理剤としての付与量は繊維重量に対して 0.1～5重量%が好ましい。付与量は化合物(A)、処理剤(B)の各々が繊維重量に対して 0.1～2重量%程度の範囲が好ましい。

<発明の効果>

本発明は、繊維の加工工程で糸導ガイド上を走行する際、その走行摩擦を高めることなく、従って走行時の毛羽、糸切れを起すことなく、又、全芳香族ポリアミド繊維の本来有する高強力、高モジュラスといった優れた特性を生かしたまま表面の耐摩耗強度の高い全芳香族ポリアミド繊維を提供するものである。

<実施例>

以下に実施例によって本発明を具体的に説明する。

尚、本発明において評価に用いた特性値は次の方法に従って測定した。

(III) 繊維表面の耐摩耗強度

図-1に示すように1500デニール1000フィラメ

ントの繊維Yの両端を一定回転(500rpm)で回転する円板1、2に取り付け、その繊維を滑車3、4を通してA点にて両端が2ターンとなるように張をかけて交差させ500gの荷重6を掛けた滑車5に掛ける。

尚A点での繊維の交差角は40°とし又繊維の繰り返し往復ストローク長は50mmとした。

このように繊維と繊維とを繰り返し摩擦させて摩擦切断までの時間を秒数で表わし、耐摩耗強度として評価した。

(IV) 走行摩擦係数

図2に示すように試料パッケージ1から解紡された繊維Yは糸導ガイド2を経て更にS状の強力コンベンセーター3で張力 T_1 を20gに調整し、表面粗度11Sの60φの円筒状摩擦体4を接触角180°で押しその出射張力(T_2)を測定後、表面速度300mm/minの回転ローラー5を介して糸束を走行せしめた。このときの摩擦係数を $\mu = (1/\pi) \ln(T_2/T_1)$ で算出した。

(V) 繊維強度保持率

(1) インストロン引張試験機を用い初長25cmの繊維サンプルを20℃、65%RHの雰囲気下で引張速度10cm/分の条件で引張り切断強度を測定して、これより繊維の強度(g/den)を求めた。

(2) インストロン引張試験機を用い10cm当り40ターンの下巻及び上巻をかけた二本巻コードを(1)と同様の測定条件で測定しコードの強度(g/den)を求めた。

これらのコードの強度の繊維の強度に対する比から強度保持率を求めた。

(VI) 総合判定

以上の測定法により評価した結果を総合評価し良～不良を○～×で示した。

実施例1～3、比較例1～6

テレフタル酸ジクロライドとパラフェニレンジアミン及び3,4'-ジアミノフェニルエーテルからなる全芳香族ポリアミドを紡出し、水洗を繰返し、ついで水洗後にペントナイト水分散液

を付着せしめて500℃で熱延伸し非図溶性のペントナイト0.42%を繊維表面に有するカチオン交換性及び非イオン吸着性の全芳香族ポリアミド繊維(1500デニール1000フィラメント)を得た。

この全芳香族ポリアミド繊維の延伸の直後に表1に示す組成からなる15%の水系エマルジョンを付着剤として固形分量が繊維重量に対して3.5%となるように付与し、乾燥して捲取った。

得られた繊維を前記の評価方法により、評価した結果を表2に示した。

表 1

	実 施 例			比 較 例				
	1	2	3	1	2	3	4	5
(出発物質) (PO/EOモル比) (分子量)								
ポリグリセリン	10	10				65	10	10
エチレングリコール			10					
ブタノール				10				
ア								
35/65								
5000								
オクチルパルミテート (MW 368)	50	60	60	60	65			
トリメチロールプロパントリオレート (MW 926)							60	
POE (2) ビスフェノールAジラウレート (MW 680)								60
POE (n) 硬化ヒマシ油	22	25	25	25	25	30	25	20
POE (n) ラウリルエーテル	3				10			5
ジオクチルスルホサクシネートNa	5	5	5	5	5	5	5	5
40cst (於30℃) ジメチルシリコーン	10							

註) PO:プロピレンオキシド EO:エチレンオキシド MW:分子量
 POE:ポリオキシエチレン (2):オキシエチレンのモル数2 Na:ナトリウム
 cst:センチストークス

表 2

	実 施 例			比 較 例					
	1	2	3	1	2	3	4	5	6
縦軸表面の耐摩耗強度 (秒)	210	210	190	60	15	180	170	150	4
走行摩擦係数	0.28	0.30	0.32	0.29	0.28	0.41	0.40	0.44	0.28
強力保持率 (%)	72	72	71	52	50	67	69	59	51
総合評価	○	○	○	×	×	×	×	×	×

表2のうち比較例6は全芳香族ポリアミド繊維としてカチオン交換性及び非イオン吸着性無機化合物が付与されていない繊維について実施例1の組成の油剤を付与して同様に比較評価した結果を示した。

これらの結果より本発明が著しい効果を示すことが明らかである。

4. 図面の簡単な説明

図1は繊維表面の耐摩耗強度測定装置の概略図である。1、2は円板、3、4、5は滑車、6は荷重、Aは繊維の交叉点、Yは繊維である。

図2は繊維の走行摩擦係数測定装置の概略図である。1はバネ、2は糸巻ガイド、3は張力コンペンセーター、4は円筒状摩擦体、5は回転ローラー、 T_1 、 T_2 は張力測定器である。

図 1

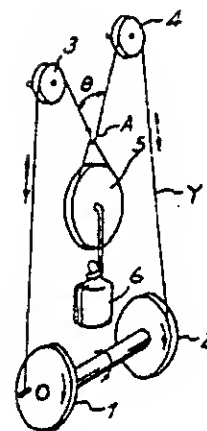
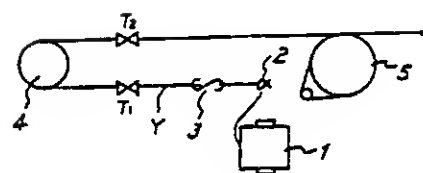


図 2



特許出願人 帝人株式会社
代理人 弁理士 前田純博